

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Tomislav Markač

Zagreb, 2016.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Dr. sc. Lidija Ćurković

Student:

Tomislav Markač

Zagreb, 2016.

IZJAVA I ZAHVALA

Ovim putem izjavljujem da sam završni rad napisao samostalno koristeći navedenu literaturu i znanja stečena tokom studija. Posebno bih se zahvalio mentorici prof. dr. sc. Lidiji Ćurković i mag. ing. Zrinki Šokčević koje su mi pomogle savjetima, iskustvom, eksperimentalnim radom, i dobrom voljom za bilo kakva pitanja i nedoumice.



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomatske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Tomislav Markač**

Mat. br.: 0035188148

Naslov rada na
hrvatskom jeziku:

Sedimentacija koloidnih Al_2O_3 suspenzija koje sadrže reciklirani prah

Naslov rada na
engleskom jeziku:

**Sedimentation of colloidal Al_2O_3 suspensions which contain recycled
alumina powder**

Opis zadatka:

Kao polazna primarna sirovina za proizvodnju Al_2O_3 keramike koristi se Al_2O_3 prah koji se dobiva preradom prirodne sirovine boksita. Tijekom strojne obrade sirovca nastaje Al_2O_3 praškasti otpad koji se može iskoristiti kao sekundarna sirovina i tako zamijeniti primarne sirovine. Jedan od postupaka oblikovanja tehničke keramike je lijevanje suspenzije. Prvi korak u tom procesu je priprava stabilne suspenzije. Jedan od načina provjere stabilnosti koloidnih suspenzija je sedimentacijski test.

U ovom je završnom radu potrebno:

- prirediti Al_2O_3 vodene suspenzije uz dodatak polietilenglikola (PEG-a) kao veziva, DOLAPIX-a CE64 kao disperzanta i magnezij nitrata heksa hidrata $Mg(NO_3)_2 \times 6 H_2O$ za sprečavanje abnormalnog rasta kristalnog zrna,
- za pripravu Al_2O_3 suspenzija koristiti čisti i reciklirani Al_2O_3 prah u različitim omjerima,
- odrediti brzinu sedimentacije Al_2O_3 suspenzija pri različitoj pH vrijednosti.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

Rok predaje rada:

25. studenog 2015.


1. rok: 25. veljače 2016.
2. rok (izvanredni): 20. lipnja 2016.
3. rok: 17. rujna 2016.


Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 29.2., 02. i 03.03. 2016.
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2016.
3. rok: 19., 20. i 21. 09. 2016.

Zadatak zadao:

Predsjednik Povjerenstva:


Prof. dr. sc. Lidija Čurković


Prof. dr. sc. Zoran Kunica

SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. POVIJEST KERAMIKE	2
3. TEHNIČKA KERAMIKA	3
3.1. Svojstva tehničke keramike	4
3.2. Podjela tehničke keramike	4
3.2.1. Oksidna keramika	6
3.2.2. Silikatna keramika	7
3.2.3. Neoksidna keramika	8
4. IZRADA KERAMIČKIH PROIZVODA	9
4.1. Priprava praha i smjese za oblikovanje	10
4.2. Lijevanje smjese za sinteriranje	12
4.2.1. Lijevanje suspenzija u kalup	12
4.2.2. Lijevanje folija	13
4.3. Sinteriranje	15
4.3. Završna obrada	17
5. STABILNOST SUSPENZIJE	19
6. EKSPERIMENTALNI DIO	22
6.2. Rezultati sedimentacijskog testa	25
7. ZAKLJUČAK	37
POPIS LITERATURE	38

POPIS SLIKA

Slika 1. Proizvodnja materijala.....	3
Slika 2. Površina Al_2O_3 keramike.....	7
Slika 3. Proizvodi od silikatne keramike.....	8
Slika 4. Postupak proizvodnje keramike	9
Slika 5. Drobilica za usitnjavanje sirovine za pripravu praha	10
Slika 6. Drobilica sa valjcima za usitnjavanje sirovine za pripravu praha	10
Slika 7. Različite vrste keramičkih prahova.....	11
Slika 8. Ovisnost svojstava o postupku obrade	12
Slika 9. Postupak lijevanja suspenzije u kalup.....	13
Slika 10. Postupak lijevanja suspenzija na foliju.....	14
Slika 11. Rast zrna tokom sinteriranja	15
Slika 12. Prikaz mikrostrukture u početku, i na kraju procesa proizvodnje keramike.....	16
Slika 13. Tolerancije mjera nakon sinteriranja i nakon tvrde obrade.....	17
Slika 14. Površina silicijevog karbida polirana 9 μm i 25 μm	18
Slika 15. Naboj keramičkih čestica	20
Slika 16. Stabilnost koloida.....	21
Slika 17. Priprema aluminijskog praha i aditiva	23
Slika 18. Priprema suspenzije sa vodom, i miješanje na elektromagnetskoj mješalici ..	24
Slika 19. Mjerenje pH-vrijednosti suspenzije	25
Slika 20. Rezultati sedimentacijskog testa 1. suspenzije nakon 1. sata	26
Slika 21. Rezultati sedimentacijskog testa 1. suspenzije nakon 24. sata	27
Slika 22. Rezultati sedimentacijskog testa 1. suspenzije nakon 48. sata	27
Slika 23. Rezultati sedimentacijskog testa 1. suspenzije nakon 144. sata	28
Slika 24. Rezultati sedimentacijskog testa 2. suspenzije nakon 1. sata	29
Slika 25. Rezultati sedimentacijskog testa 2. suspenzije nakon 24. sata	29
Slika 26. Rezultati sedimentacijskog testa 2. suspenzije nakon 48. sata	30
Slika 27. Rezultati sedimentacijskog testa 2. suspenzije nakon 144. sata	30
Slika 28. Rezultati sedimentacijskog testa 3. suspenzije nakon 1. sata	31
Slika 29. Rezultati sedimentacijskog testa 3. suspenzije nakon 24. sata	32

Slika 30. Rezultati sedimentacijskog testa 3. suspenzije nakon 48. sata	32
Slika 31. Rezultati sedimentacijskog testa 3. suspenzije nakon 144. sata	33
Slika 32. Graf ovisnosti volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 1h.....	34
Slika 33. Graf ovisnosti volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 24h...	35
Slika 34. Graf ovisnosti volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 48h ..	35
Slika 35. Graf ovisnosti volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 144h	36

POPIS TABLICA

Tablica 1. Prikaz sastava triju suspenzija	22
Tablica 2. Očitani rezultati za suspenziju broj 1 (20% (Al ₂ O ₃)p i 0% (Al ₂ O ₃)s).....	28
Tablica 3. Očitani rezultati za suspenziju broj 2 (18% (Al ₂ O ₃)p i 2% (Al ₂ O ₃)s).....	31
Tablica 4. Očitani rezultati za suspenziju broj 3 (16% (Al ₂ O ₃)p i 4% (Al ₂ O ₃)s).....	33

SAŽETAK

Tijekom strojne obrade sirovca od aluminij oksidne (Al_2O_3) keramike generira se otpadni keramički prah, čije zbrinjavanje predstavlja značajan ekološki izazov. U ovom radu dio sirovine zamijenjen je s otpadnim prahom nastao strojnom obradom sirovca aluminijeve oksidne keramike u svrhu pripreme stabilne suspenzije pogodne za oblikovanje lijevanjem u gipsani kalup. U tu svrhu pripremljene su 20%-tne suspenzije sa različitim masenim udjelom čistog i recikliranog praha, 20% i 0%, 18% i 2%, i 16% i 4%. Suspenzijama je dodano i 0,2% (na masu suhe tvari) polietilenglikola (PEG-a) koji se koristi kao vezivo, 0,5% (na masu suhe tvari) DOLAPIX-a CE64 disperzanta, i 0,077 grama magnezij nitrat heksa hidrat $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ za sprječavanje abnormalnog rasta kristalnog zrna.

Stabilnost suspenzija nakon homogenizacije na elektromagnetskoj mješalici, određena je sedimentacijskim testovima pri različitim pH-vrijednostima suspenzija koje su se kretale od 2-12, nakon 1, 24, 48 i 144 sati od ulijevanja suspenzije u epruvetu.

1. UVOD

Istraživanja materijala u zadnjih 10-ak godina su izrazito usmjerena na keramiku i kompozitne materijale. Razvoj tehnologija proizvodnje i istraživanja u području tehničke keramike omogućila su čovjeku primjenu keramike na mjestima gdje metalni materijali nemaju tako dobra svojstva. Zna se kako primjena keramike raste iz dana u dan, međutim, tehnička keramika je i dalje u stalnom razvoju, kako bi se unaprijedila neka nepovoljna svojstva kao npr. krhkost, nepredvidivost ponašanja u složenim uvjetima opterećenja, otpornost na toplinski umor, i otpornost na toplinske šokove. Proizvodnja keramike obuhvaća pripremu mase za oblikovanje, koja može biti u različitim oblicima: suspenzija za lijevanje, masa za ekstrudiranje, ili u obliku praha za prešanje. Za vrlo učinkovito oblikovanje keramičkih materijala jednostavnih oblika sa homogenom strukturom i gustoću blizu teoretskoj, koristimo različite postupke prešanja, kao što su: hladno prešanje, hladno i vruće izostatičko prešanje i injekcijsko prešanje. Postupak lijevanja suspenzije je jednostavan, pouzdan, fleksibilan te ekonomski prihvatljiv i jednostavan postupak, te se može koristiti za različite složenosti oblika i veličine keramičkih izradaka, međutim, svi parametri lijevanja moraju biti zadovoljeni kako bi dobili homogena svojstva. Dispergiranošć čestica je izuzetno bitna u postupku lijevanja keramike kako bi svojstva bila homogena, isto kao i što niža viskoznost keramičke suspenzije, da bi suspenzija bila lakše livljiva i što bolje ispunila kalupnu šuplinu. Procjena stabilnosti suspenzija je od izričite važnosti u vidu dobivanja homogenosti svojstava. Zato postoje aditivi koji pomažu dobiti gore navedena svojstva, i svakim danom se radi na istraživanju, ispitivanju i razvoju novih aditiva, koji bi olakšali lijevanje suspenzija.

2. POVIJEST KERAMIKE

Keramika postoji već 10 000 godina i najstariji je umjetni materijal kojeg je napravio čovjek. Prvi keramički predmeti su korišteni za kuhanje i spremanje hrane. Sirovina koja se koristila za proizvodnju keramike je bila glina. Glinu je bilo moguće naći gotovo svugdje. To je razlog što se čak i u tim starim vremenima keramika mogla naći u gotovo bilo kojem dijelu svijeta. Činjenica da je vrlo lako oblikovljiva, činilo ju je idealnim materijalom za izradu posuđa. Kasnije je otkriveno da je upotrebom vatre moguće dobiti puno čvršće i izdržljivije predmete. To je raširilo primjenu keramike[1].

Do kraja srednjeg vijeka, proces obrade i taljenja metala se odvijao u pećima napravljenima od pijeska vezanog uz kalionit ili silikatnog materijala. Razvoj sintetičkih vatrostalnih materijala oko 1550. godine bio je jedan od temelja industrijske revolucije, te je tako stvoren jedan od neophodnih uvjeta za taljenje metala i stakla na na industrijskoj razini. Također, bio je neophodan uvjet za proizvodnju koksa, cementa i keramike. Početkom druge polovice 19. stoljeća elektrokeramika daje dobar temelj za industrijski razvoj. Tijekom tog vremena, razvijena su osnovna rješenja za električnu izolaciju na temelju porculana. Teško je odrediti točan početak moderne keramike dobrih svojstava. Do prijelaza u 20. stoljeće, razvoj keramičkih materijala ima svega empirijski (iskustveni) karakter. Znanstvene metode su tek primjenjene tokom 20. stoljeća[2].

Može se zaključiti da su razni proizvođači kao npr. Siemens koji je 1929. napravio svjećicu od sinteriranog aluminija, ali mnogi drugi, dali samo zamah keramičkoj industriji kakva se poznaje danas.

3. TEHNIČKA KERAMIKA

Tehnička keramika obuhvaća keramičke materijale i proizvode namijenjene za tehničku primjenu. Tehnička keramika ima svoju široku primjenu u tehnici zbog dobrih svojstava kao što su tvrdoća, čvrstoća, otpornost na puzanje, otpornost na trošenje, otpornost na koroziju, ali i otpornost na visoke temperature. Za razliku od metalnih materijala, ali i stakla, keramika se prvo oblikuje a zatim se primjenjuje proces toplinske obrade, tj. sinteriranja, dok je kod metalnih materijala i stakla proces obrnut (slika 1).



Slika 1. Proizvodnja materijala[3]

3.1. Svojstva tehničke keramike

Dobra svojstva tehničke keramike:

- Visoka tvrdoća
- Visoka savojna čvrstoća
- Otpornost na koroziju
- Otpornost na visoke temperature
- Visoka tlačna čvrstoća
- Stabilnost oblika
- Otpornost na abraziju
- Dobra izolacijska svojstva
- Mala gustoća

Loša svojstva tehničke keramike:

- Krhkost
- Osjetljivost na toplinski umor
- Niska vlačna čvrstoća
- Rasipanje vrijednosti svojstava
- Visoki troškovi proizvodnje

3.2. Podjela tehničke keramike

Tehničku keramiku možemo podijeliti prema:

- Kemijskom sastavu
- Veličini zrna
- Namjeni

Podjela prema kemijskom sastavu:

- Oksidna keramika
- Neoksidna keramika
- Silikatna keramika

Podjela prema veličini zrna:

- Gruba keramika (Veličina zrna iznosi od 0.1 mm do 0.2 mm)
- Fina Keramika (Veličina zrna iznosi manje od 0.1 mm)

Podjela prema namjeni:

- Funkcionalna keramika
- Visokokvalitetna keramika
- Konstrukcijska keramika
- Biokeramika
- Inženjerska keramika
- Industrijska keramika
- Rezna keramika
- Elektrokermika

3.2.1. Oksidna keramika

Oksidna keramika je materijal vrlo dobrih svojstava. Sastoji se od jednofaznih i jednokomponentnih metalnih oksida kojih ima više od 90%. Dobivena je sintetičkim putem, tako da je iznimno visoke čistoće, te gotovo nema udjela staklenih faza. Struktura je vrlo homogena, jer se sinteriranje izvodi na visokim temperaturama, i zbog toga ima vrlo dobra svojstva.

Oksidna keramika se dijeli na:

- Jednokomponentne sustave
- Višekomponentne sustave

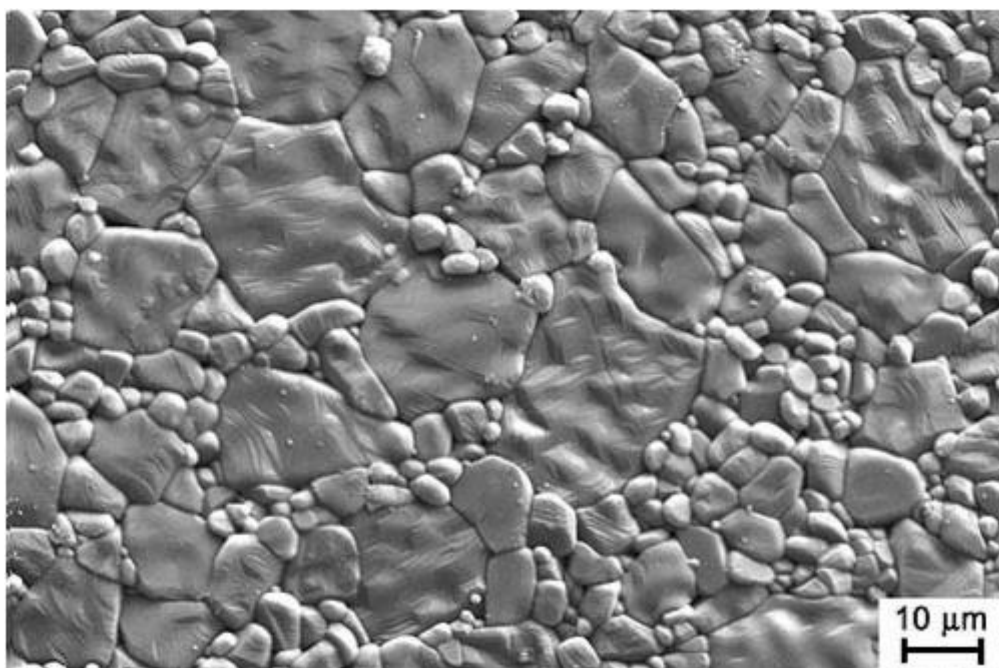
Aluminij oksidna keramika

Zbog svoje vrlo široke i raznolike primjene, aluminij oksidna keramika (Al_2O_3) najznačajniji je materijal iz skupine oksidne keramike. Gusto sinterirani Al_2O_3 prah odlikuje se mnogim vrlo dobrim svojstvima, kao što su: visoka čvrstoća i tvrdoća, temperaturna stabilnost, velika otpornost na trošenje te korozijska postojanost, čak i pri povišenim temperaturama. Zbog navedenih svojstava, aluminij oksidna keramika neizostavna je u brojnim granama industrije, kao što su industrija žica i kablova, tekstilna i sanitarna industrija, medicina, elektrotehnika, elektronika te brojna druga područja[4].

Karakteristike aluminij oksidne keramike:

- Visoka čvrstoća
- Visoka tvrdoća
- Otpornost na trošenje
- Otpornost na koroziju pri vrlo visokim temperaturama

Ova vrsta keramike sadrži od 80% do 99% aluminijskog oksida, i u praksi je dokazana kao vrlo dobar materijal. Udio aluminijskog oksida ovisi o tehnološkim ali i ekonomskim zahtjevima. Na slici 2 prikazana je uvećana površina Al_2O_3 keramike.



Slika 2. Površina Al_2O_3 keramike[5]

3.2.2. Silikatna keramika

Silikatna keramika je najstarija vrsta keramike. Glavne sirovine ovih višefaznih materijala su glina i kaolin, glinenci i talk kao nositelji silicija. Sinterirani izradak sadrži osim kristalnih faza i visok udio staklene faze (> 20 %) čiji je glavni sastojak silicijev oksid. Silikatna keramika je bitno jeftinija i pristupačnija od oksidne keramike zbog relativno niskih temperatura sinteriranja, dobre kontrole procesa i velike dostupnosti prirodne sirovine. U silikatnu keramiku se ubrajaju neke zubne keramike, tehnički porculan, steatit, kordijerit i mulit[6]. Na slici 3 prikazani su proizvodi od silikatne keramike koji se koriste u termotehnici.

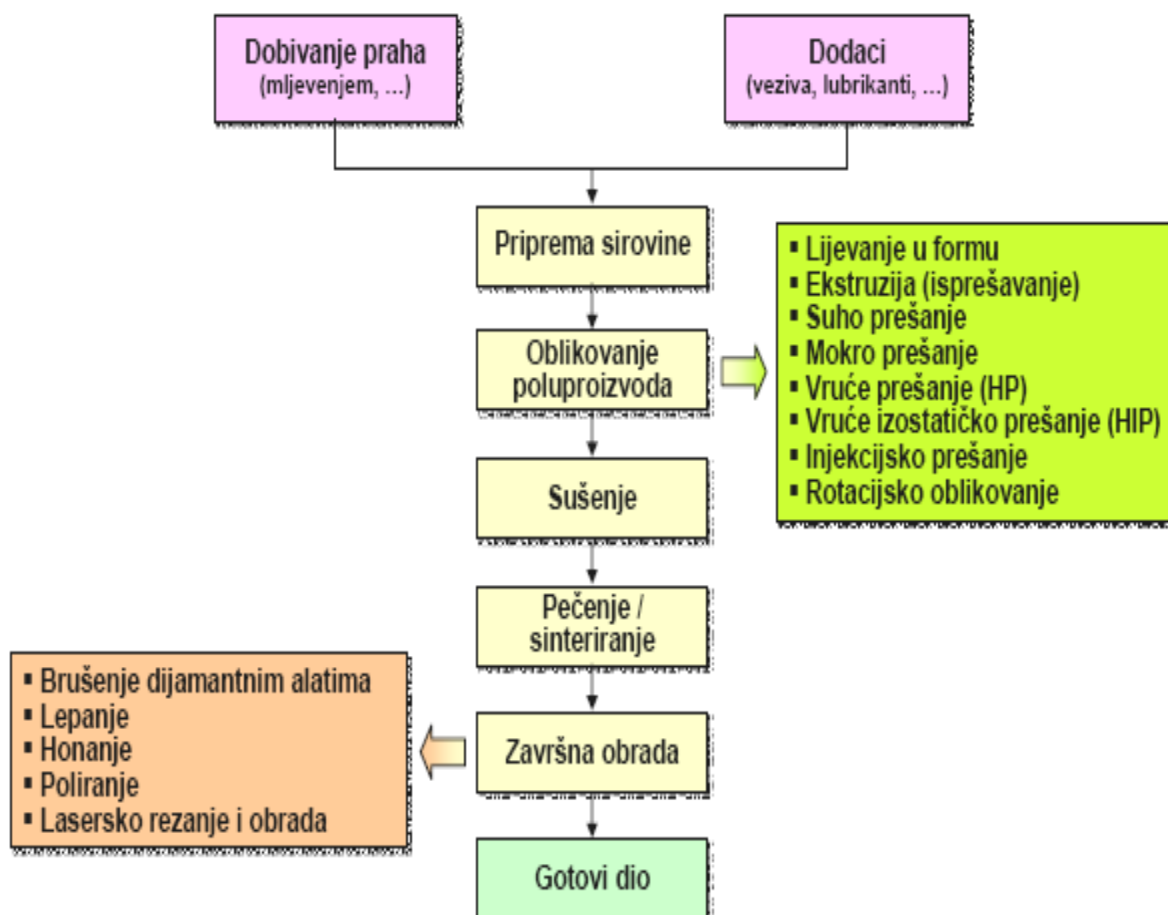


Slika 3. Proizvodi od silikatne keramike[7]

3.2.3. Neoksidna keramika

Pojam neoksidne keramike se uglavnom odnosi na spojeve u kojima nastaju karbidi i nitridi. Visoki udio kovalentnih veza karbida i nitrda rezultiraju vrlo dobrim svojstvima. S obzirom na karbide i nitride, postiže se visoka tvrdoća, otpornost na trošenje, ali i korozijska postojanost. Najvažniji predstavnik te vrste keramike je silicij karbid (SiC) zbog svojih vrlo dobrih svojstava kao što su: tvrdoća, čvrstoća, otpornost na trošenje, korozijska otpornost, otpornost na nagle promjene temperature i još mnoga druga svojstva[5].

4. IZRADA KERAMIČKIH PROIZVODA

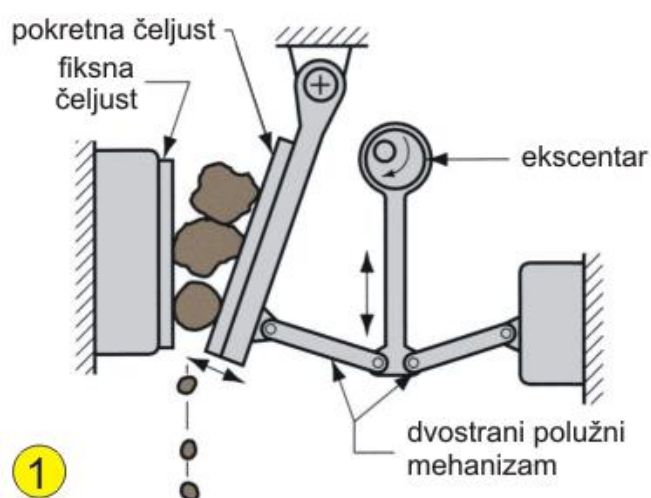


Slika 4. Postupak proizvodnje keramike[8]

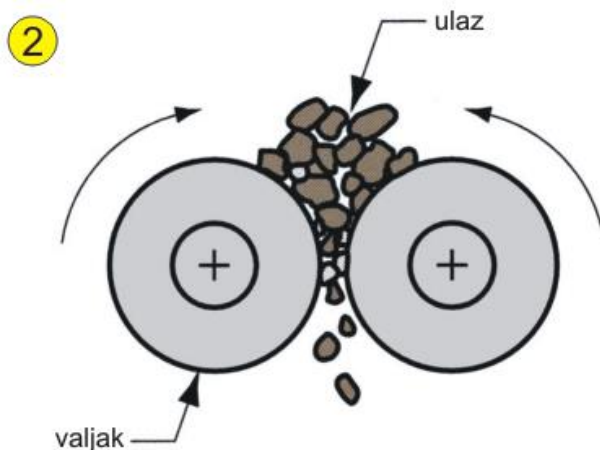
Slika 4 prikazuje sve faze i korake pri proizvodnji tehničke keramike i postupke kojima se to izvodi.

4.1. Priprava praha i smjese za oblikovanje

Kod proizvodnje keramike, prva stvar koju treba napraviti je dobiti usitnjeni keramički prah. Prah se dobiva postupcima kao što je npr. mljevenje. Sirovi materijali se u prirodi nalaze u krutom obliku, te je zato potrebno prvo usitniti sirovinu pogodnim mehaničkim operacijama prije nekog drugog postupka sa kojim će se dobiti praškasti oblik, što je prikazano na slici 5 i 6.



Slika 5. Drobilica za usitnjavanje sirovine za pripravu praha[8]



Slika 6. Drobilica sa valjcima za usitnjavanje sirovine za pripravu praha[8]



Slika 7. Različite vrste keramičkih prahova[9]

Slika 7 prikazuje različite vrste prahova koji se koriste za proizvodnju keramike.

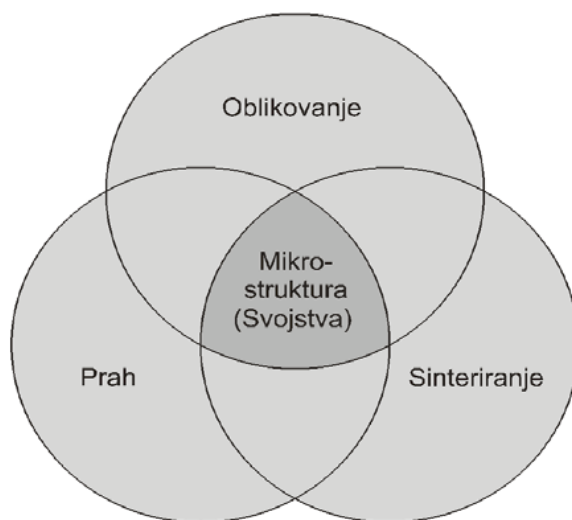
Kada je dobiven takav prah, dodaju se aditivi kao što su:

- Disperzanti
- Veziva
- Sredstva za sprječavanje rasta zrna
- Sredstva za tečenje
- Očvršćivači

Nakon dodavanja aditiva, smjesu je potrebno dobiti u jednom od oblika pogodnih za:

- Lijevanje smjese – suspenzije
- Prešanje – granulati
- Ekstrudiranje – keramička "tijesta"

Svi tehnološki postupci proizvodnje utječu na svojstva i mikrostrukturu dobivenog keramičkog materijala, stoga je svaki od tih postupaka izuzetno bitan (slika 8).



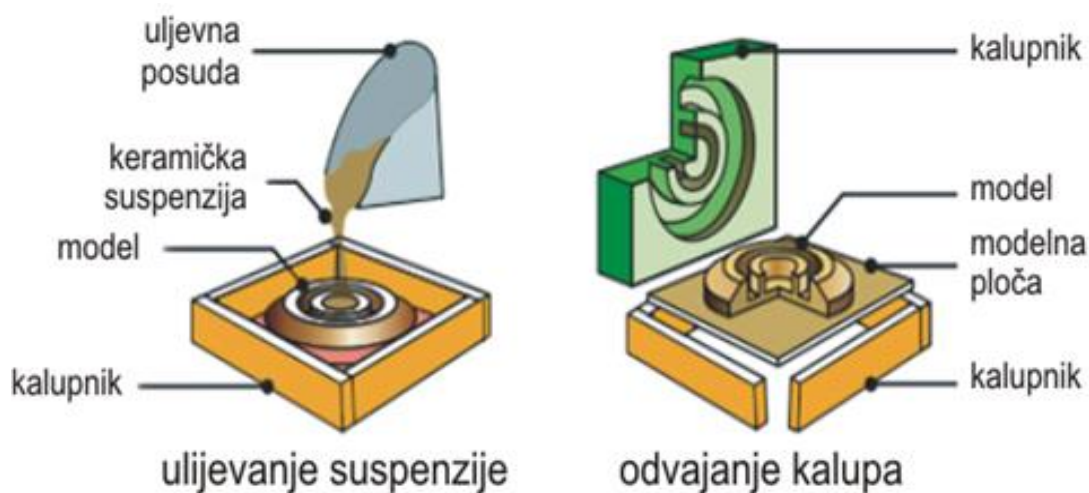
Slika 8. Ovisnost svojstava o postupku obrade[9].

Obzirom na to da se u temi rada radi o suspenzijama, objašnjen je postupak lijevanja suspenzija za sinteriranje.

4.2. Lijevanje smjese za sinteriranje

4.2.1. Lijevanje suspenzija u kalup

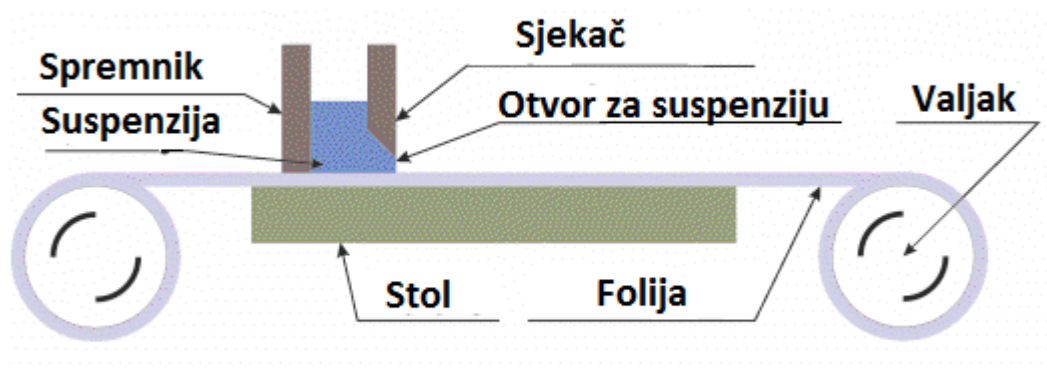
Lijevanje suspenzija je proces gdje se keramička suspenzija koja mora biti stabilna, lijeva u kalup te se u njemu skrućuje. Višak suspenzije se odlijeva, a kada se suspenzija u kalupu skrutne, vadi se iz kalupa, i tada se sinterira. Postupak je prikazan na slici 9.



Slika 9. Postupak lijevanja suspenzije u kalup[10].

4.2.2. Lijevanje folija

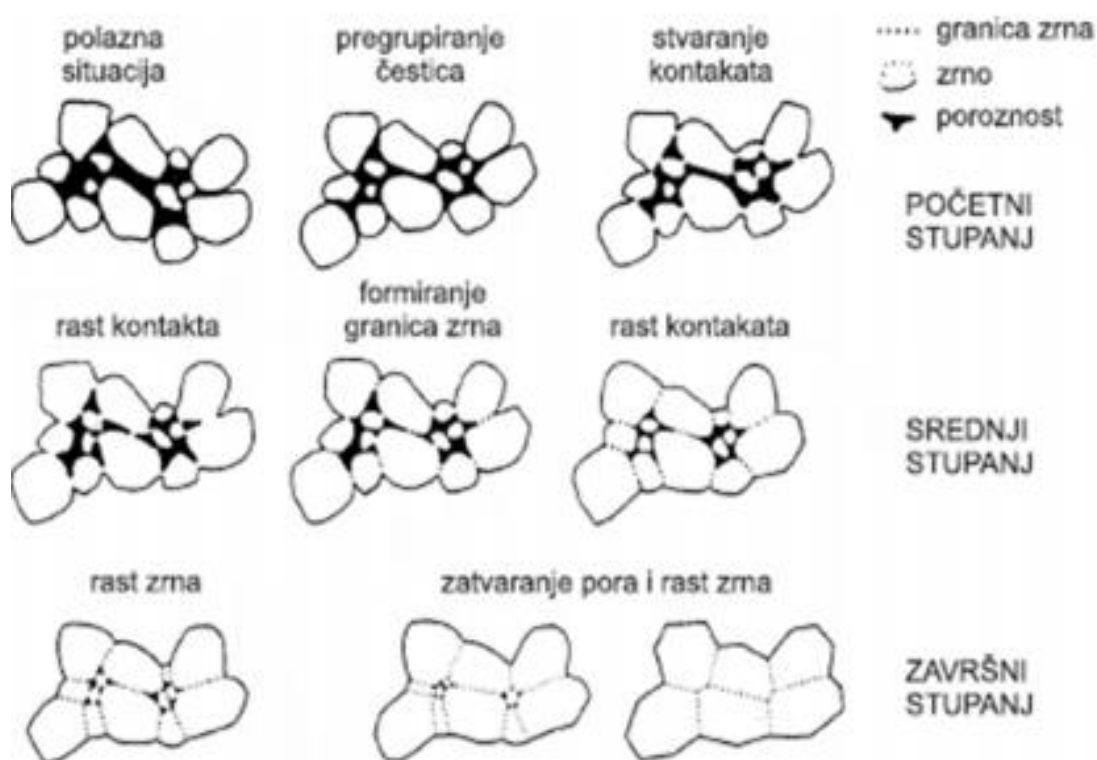
Lijevanje folija (slika 10) se odvija tako da keramička suspenzija kroz otvor prolazi i dolazi do folije koja je pogonjena valjcima. Tako se osigurava ravnomjerno nanošenje suspenzije na foliju. Vrući zrak koji struji osigurava da se keramička suspenzija osuši, kako bi se dobila suha i fleksibilna folija pogodna za daljnje postupke obrade. Folije dobivene tim postupkom mogu biti debljine od 0.25 mm do 1 mm[10].



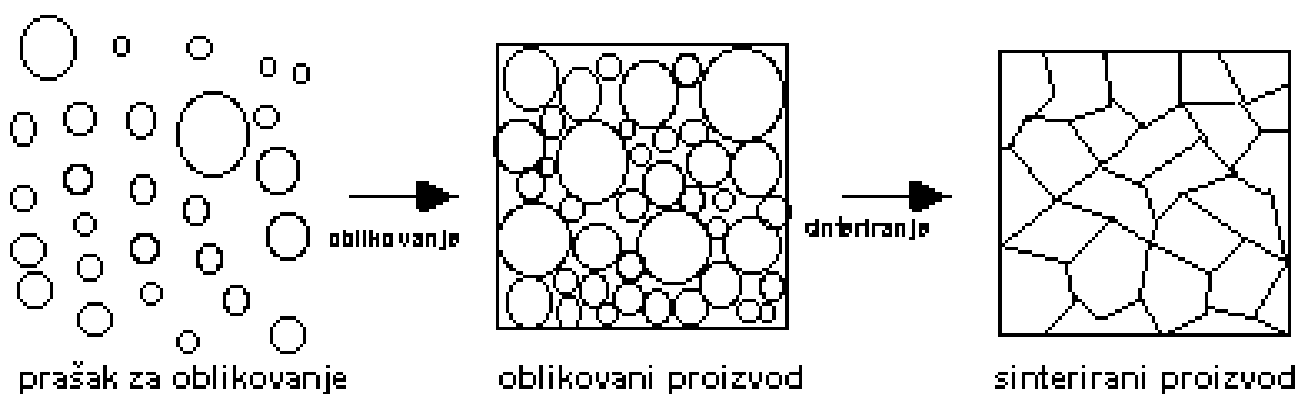
Slika 10. Postupak lijevanja suspendzija na foliju[11]

4.3. Sinteriranje

Sinteriranje je postupak toplinske obrade keramike, u kojem dolazi do povezivanja atoma keramike, smanjivanja poroznosti i smanjenja volumena, te se povećava gustoća keramike (slika 11 i slika 12).






Slika 11. Rast zrna tokom sinteriranja[3]



Slika 12. Prikaz mikrostrukture u početku, i na kraju procesa proizvodnje keramike[3]

Cilj oblikovanja sirovaca od keramičke mase je proizvodnja keramičkih izradaka sa što točnijim mjerama i oblicima, kako bi se izbjegla kasnija obrada koja je vrlo skupa zbog izvanredno visoke tvrdoće materijala. Za razliku od metala, oblikovanje keramike ne nalazi se na kraju proizvodnog lanca, već gotovo na početku. Sirovci su u pravilu oblikovani na veće dimenzije od dimenzija gotovog keramičkog proizvoda. Smanjenje volumena događa se u nekim fazama proizvodnog postupka kao što su isparavanje vode, sušenje i pečenje. Tek se u postupku pečenja (sinteriranja) zapravo stvara keramički materijal sa svojom karakterističnom strukturom, i od sirovine nastaje gotovi izradak (materijal). Visoke temperature dovode do smanjenja slobodne specifične površine čestica (postupci difuzije, stvaranje taline, fazne transformacije) čime dolazi i do zgušnjavanja strukture i smanjenja volumena. Takvo smanjenje volumena naziva se još i skupljanje, i navodi se kao postotno smanjenje volumena od sirovca do gotovog izratka. Alati za oblikovanje moraju se stoga dimenzionirati nešto veći u odnosu na željene dimenzije izratka da bi se u daljnjim fazama proizvodnje kompenziralo smanjenje volumena[3]. Na slici 13 prikazane su promjene dimenzija sirovaca prije i nakon sinteriranja.

Faze izrade	Izradak	Standardne tolerancije	Tolerancije/precizniji postupci
Oblikovanje/ Obrada sirovaca			
Sinteriranje		$\pm 2 \%$	$\pm 1 \%$
Završna obrada		$\pm 2 \mu\text{m}$	$\pm 1 \mu\text{m}$

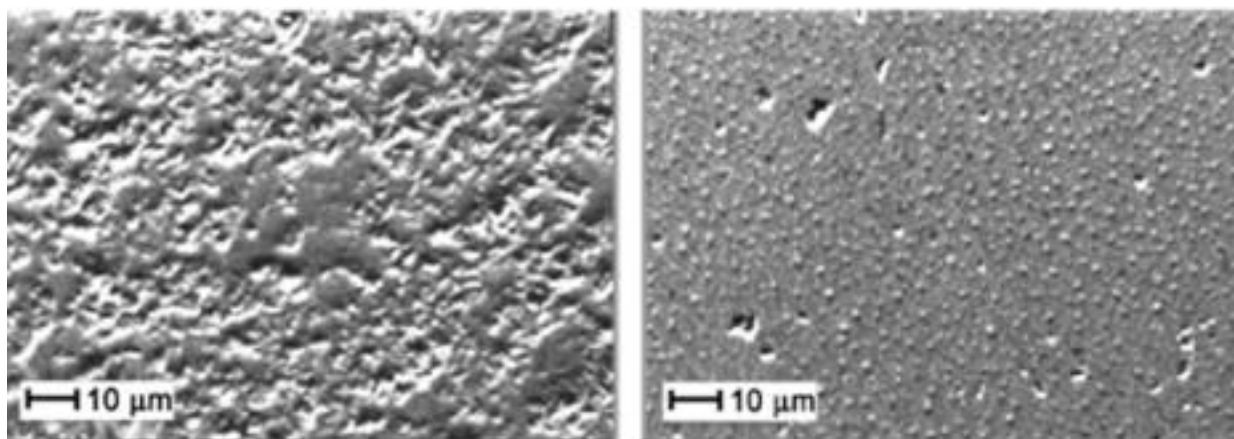
Slika 13. Tolerancije mjera nakon sinteriranja i nakon tvrde obrade[3].

4.3. Završna obrada

Izvodi se na dijelovima koji su prethodno sinterirani, te se mogu postići uske tolerancije dimenzija, može se dobiti željeno stanje površine, a zbog vrlo visoke tvrdoće koriste se dijamantni alati.

Neki od tih postupaka su:

- Honanje
- Lepanje
- Brušenje
- Poliranje



Slika 14. Površina silicijevog karbida polirana 9 μm i 25 μm [3]

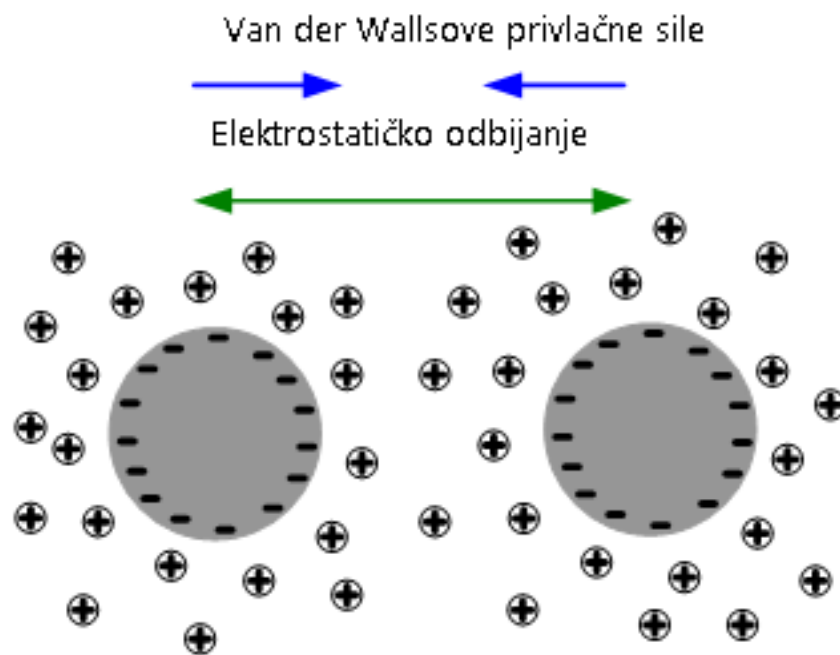
Na slici 14 prikazana je površina silicij karbida nakon poliranja različitim veličinama abrazivnih čestica.

5. STABILNOST SUSPENZIJE

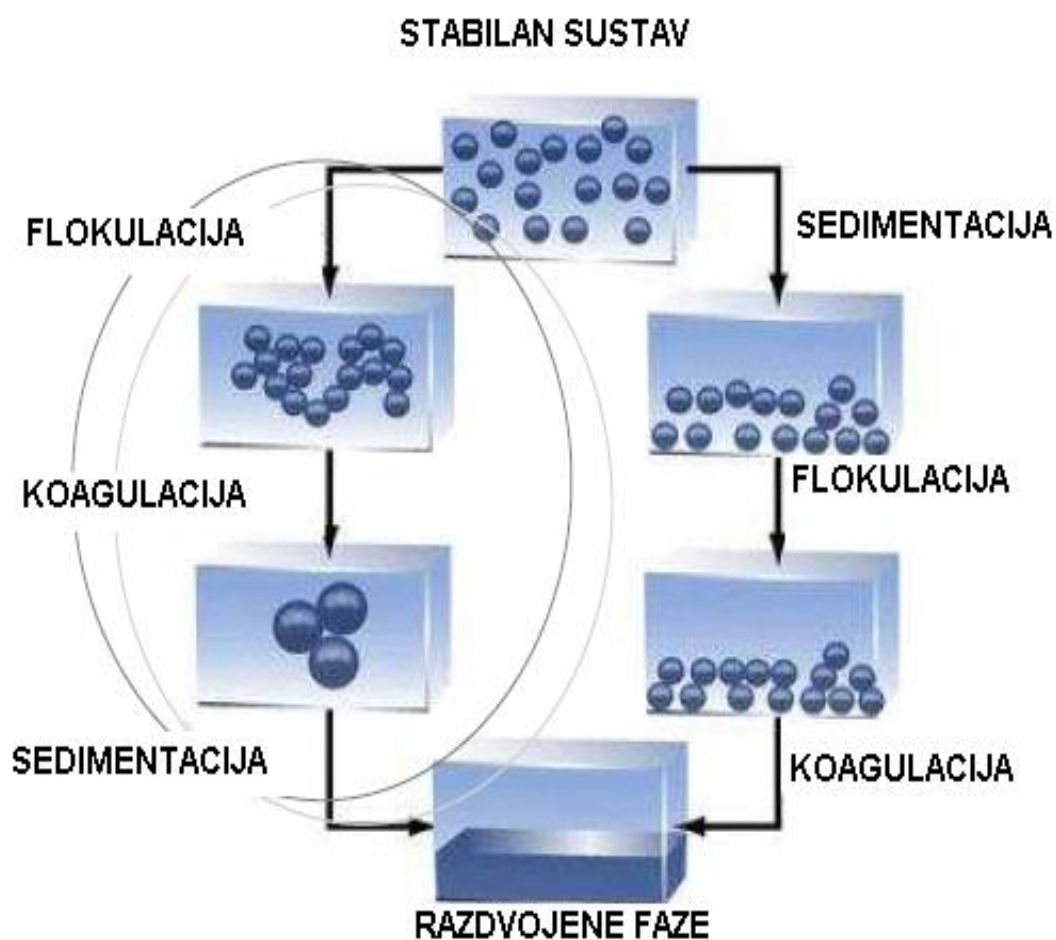
U prethodnom poglavlju je objašnjen postupak lijevanja keramičke suspenzije u gipsani kalup. Kako bi se dobio dio što boljih svojstava, potrebno je imati homogenu strukturu. Za postizanje stabilne koloidne suspenzije nastoji se postići što uspješnija disperzija čestica keramičkog praha bez aglomeracije što rezultira homogenom mikrostrukturom[12]. Nesavršenosti u pripravi suspenzije, rezultiraju heterogenom strukturom. Kako bi se izbjegle nesavršenosti i heterogena mikrostruktura, nastoji se postići što veća disperzija čestica, tj. koloida. Koloidi su smjese kod kojih veličine čestica imaju 1-200 nm. U koloidnom sustavu koloidne čestice čine agregate vrlo velikog broja molekula koje u otopini posjeduju električni naboj, a njihovo gibanje slijedi postulate Brownovog gibanja. Sve tvari mogu se prevesti u koloidno stanje ako ih se dovede do određenog stupnja disperziteta[12].

Svojstva koloida temelje se na interakcijama na površini čestice, stoga, što je veća površina čestice, veće su i interakcije među česticama, odnosno veći je stupanj disperzije. Nastoji se upotrijebiti onu veličinu čestica koje posjeduju velike omjere jedinične površine i volumena čije su ukupne površine velikih razmjera[13].

Sile između atoma mogu biti privlačne i odbojne. Najčeći način privlačenja koloidnih čestica je putem Van der Waals-ovih sila. Ukoliko su odbojne sile jače od Van der Waals-ovih sila, dolazi do disperzija čestica i sustav je stabilan(slika 15).



Slika 15. Naboj keramičkih čestica [10].



Slika 16. Stabilnost koloida[10].

Na slici 16 prikazana je rezlika između stabilnih i nestabilnih koloidnih suspenzija. Kako bi bila osigurana stabilnost suspenzije i naboj čestica takav da nadjača Van der Waals-ove veze, koriste se 2 najčešća mehanizma stabilizacije:

- Elektrostatička stabilizacija – Električni dvosloj
- Sterička stabilizacija koloida

6. EKSPERIMENTALNI DIO

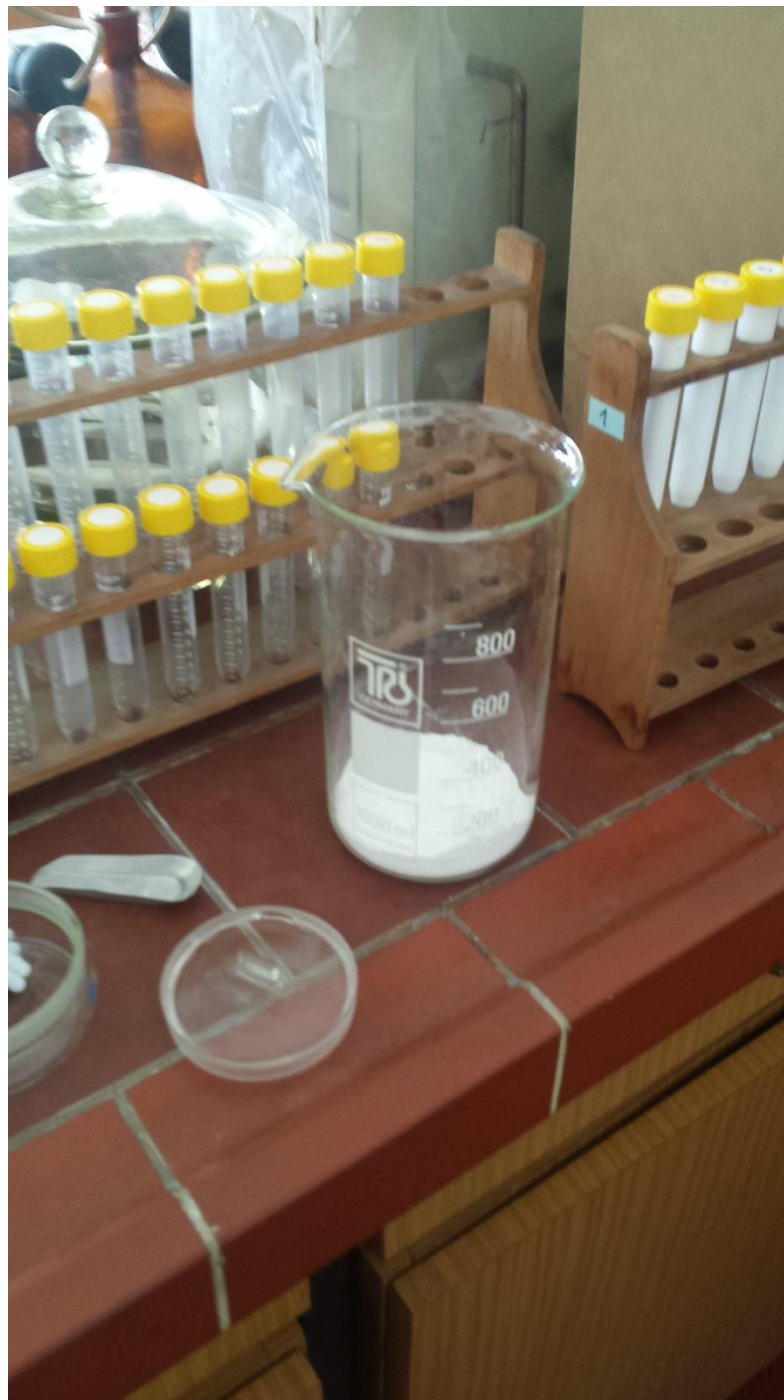
Za pripravu keramičke suspenzije korišten je Al_2O_3 aluminijski prah dobiven procesom prerade prirodne sirovine boksita, i reciklirani Al_2O_3 aluminijski prah, koji je zapravo otpad nastao tijekom strojne obrade sirovca. Pripremljene su 3 suspenzije sa različitim udjelima čistog aluminijskog i otpadnog aluminijskog praha. Dodano je 500 ml vode, 0,2% PEG-a (na ukupnu masu aluminijskog praha), 0,5% DOLAPIX CE64 disperzanta, i 0,077 grama $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ za sprječavanje abnormalnog rasta kristalnog zrna. Za 3 suspenzije je pripremljena suha tvar sa različitim udjelima čistog i recikliranog aluminijskog praha sa svim aditivima (slika 17), te je ta smjesa dodavana u destiliranu vodu, i miješana na elektromagnetskoj mješalici (slika 18). Postupak se ponavlja za sljedeće dvije suspenzije, a podaci o sastavu suspenzija su dani u tablici 1.

Tablica 1. Prikaz sastava triju suspenzija

Redni broj suspenzije	Maseni udio $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ praha, [%]	Maseni udio $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$ praha, [%]	Masa $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ praha, [g]	Masa $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$ praha, [g]	Volumen vode (H_2O) , [ml]	Masa disp. CE64, [g]	Masa PEG, [g]	Masa MgCl_2 , [g]
1	20	0	125	0	500	0,625	0,25	0,077
2	18	2	112,5	12,5	500	0,625	0,25	0,077
3	16	4	100	25	500	0,625	0,25	0,077

* $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ - čisti (primarni) aluminijski prah

* $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$ - reciklirani (sekundarni) aluminijski prah



Slika 17. Priprema aluminijskog praha i aditiva



*Slika 18. Priprema suspenzije sa vodom, i miješanje
na elektromagnetskoj mješalici*

Nakon što je suspenzija pripremljena, mjeri se pH-vrijednost suspenzije (slika 19) te se lijeva u epruvetu. Kada je suspenzija izlivena u epruvetu, mijenja se pH-vrijednost suspenzije sve dok se ne dobiju epruvete sa suspenzijom sa pH-vrijednostima koje se kreću od otprilike 2 do 12. Isti postupak se radi sa preostale dvije suspenzije, a nakon toga slijedi sedimentacijski test.



Slika 19. Mjerenje pH-vrijednosti suspenzije

6.2. Rezultati sedimentacijskog testa

Očitava se volumen sedimenta, a on se u početku kreće od 14 ml zbog disperzije čestica. Kada počne sedimentacija, dolazi do razdvajanja faza, a na vrhu epruvete se odvaja voda. U tablicama se prati volumen sedimenta (volumen disperzije), i što je on niži znači da je suspenzija nestabilnija jer dolazi do sedimentacije čestica.

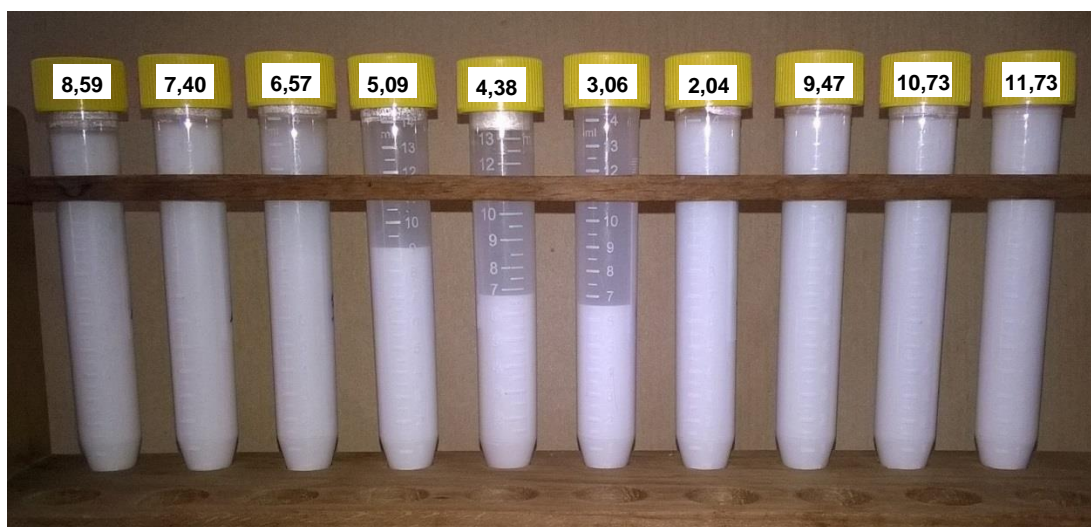
Na slikama 20-31 i u tablicama 2-4 prikazani su rezultati sedimentacijskih testova za 3 različite suspenzije. Sedimentacijski test se provodi na 3 suspenzije različitog udjela aluminijskog praha (p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (otpadni,reciklirani) prah):

1. Suspenzija: 20% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ i 0% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$
2. Suspenzija: 18% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ i 2% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$
3. Suspenzija: 16% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ i 4% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$

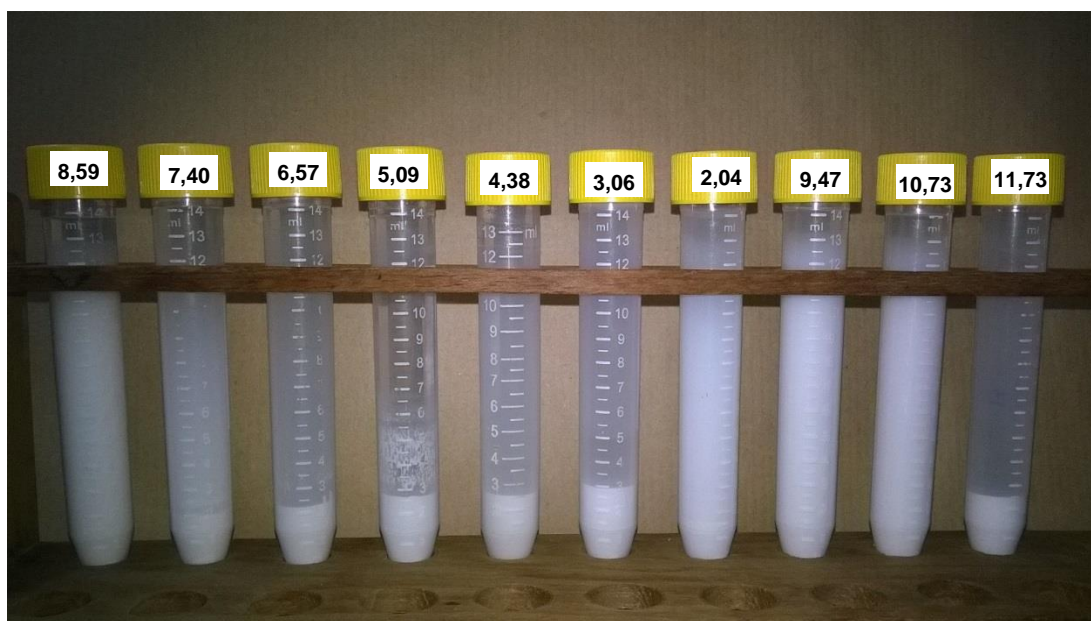
Pri sedimentacijskim testovima praćene su sedimentacija suspenzija pri različitim pH-vrijednostima koje se kreću od otprilike 2-12. Na vrhovima (čepovima) epruveta, ispisane su pH-vrijednosti suspenzije u svakoj epruveti.

1. Suspenzija - 20% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ i 0% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$; (p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (reciklirani) prah)

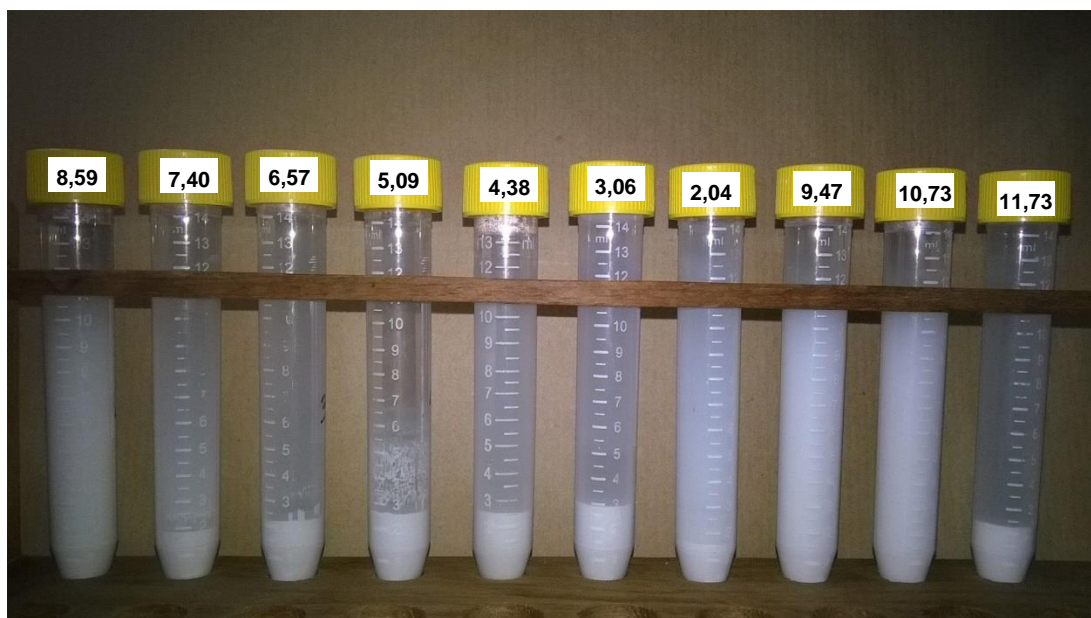
Na slikama 20, 21, 22, 23 su prikazane epruvete nakon 1, 24, 48 i 144 sata. U tablici 2 prikazane su očitane vrijednosti sedimentacijskog testa.



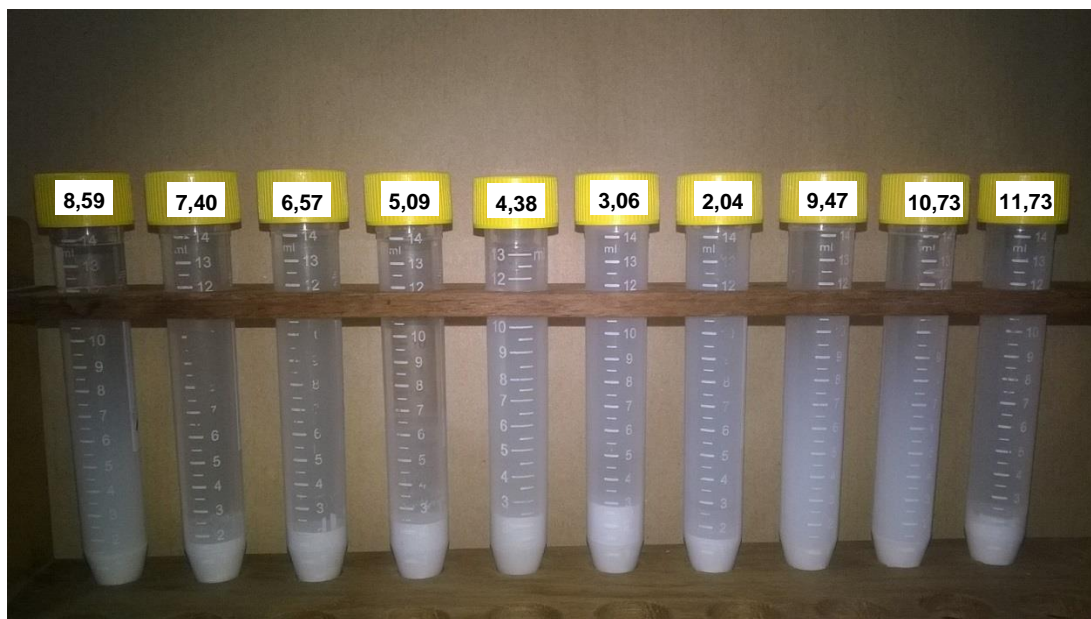
Slika 20. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 1. sata



Slika 21. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 24. sata



Slika 22. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 48. sata



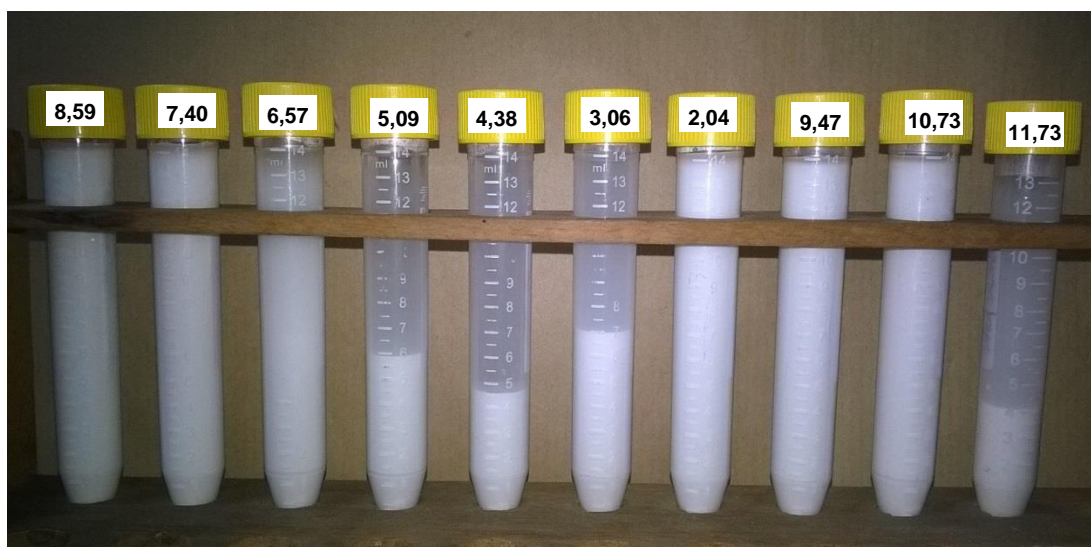
Slika 23. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 144. sata

Tablica 2. Očitani rezultati za suspenziju broj 1 (20% (Al_2O_3)_p i 0% (Al_2O_3)_s)

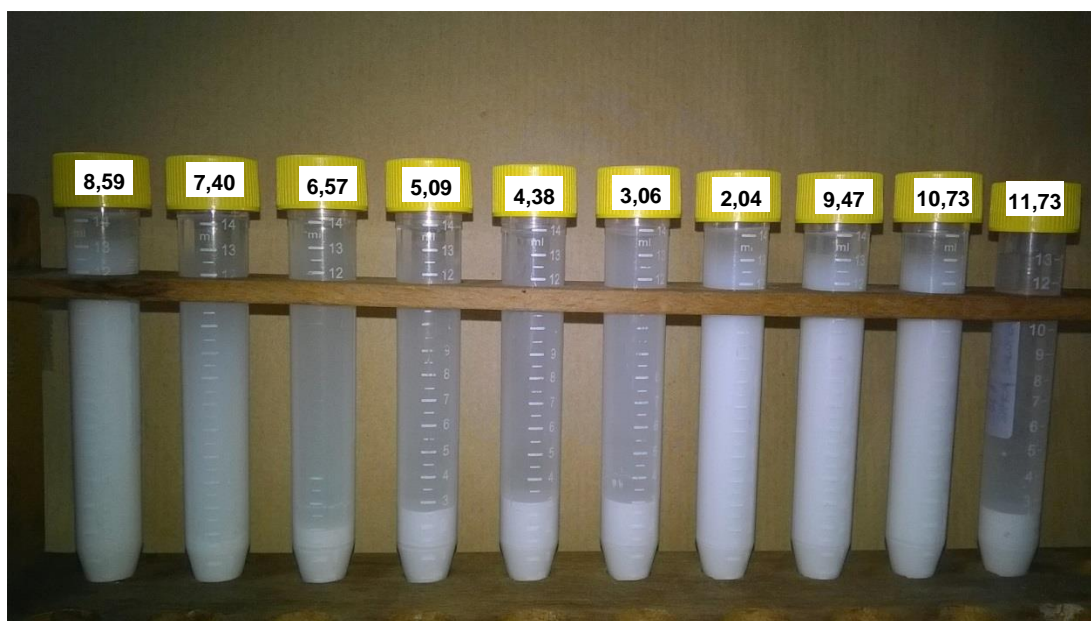
EPRUVETA	pH	V ₀ , [ml]	V _{1h} , [ml]	V _{24h} , [ml]	V _{48h} , [ml]	V _{144h} , [ml]
1	8,59	14	14	13	12	7
2	7,40	14	14	12,5	11	1,8
3	6,57	14	13,5	12,5	11	2
4	5,09	14	9	2,5	2,5	2,5
5	4,38	13	6,8	2,5	2,5	2,5
6	3,06	14	6,7	3	3	3
7	2,04	14	14	13	12	10
8	9,47	14	14	13	12	9
9	10,73	14	14	13	12	9
10	11,73	14	4,5	2,5	2,5	2

2. Suspenzija - 18% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ i 2% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_s$; (p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (reciklirani) prah)

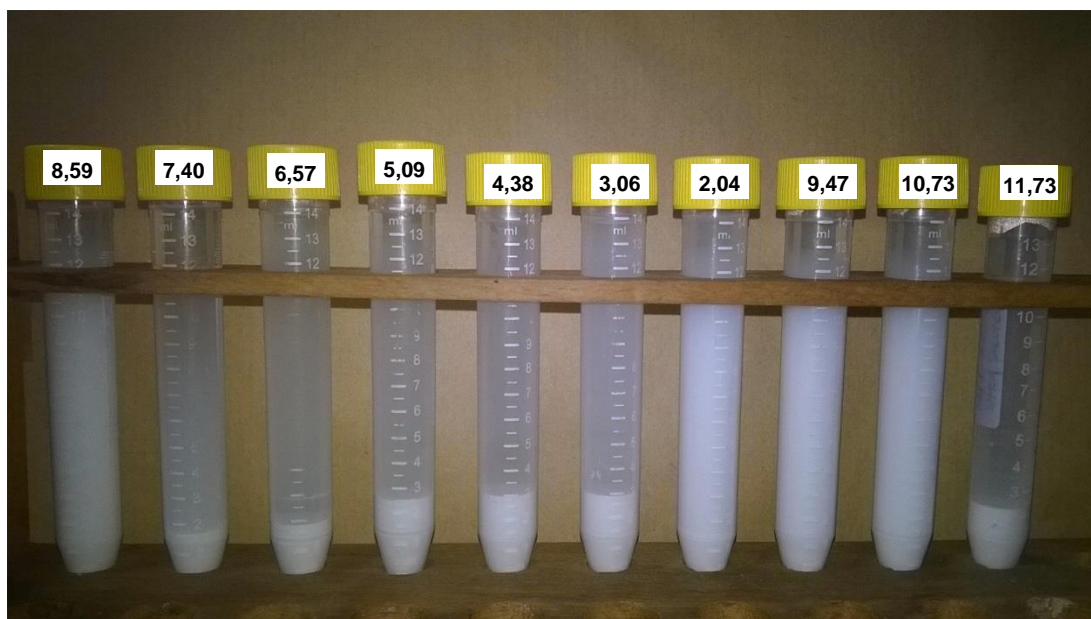
Na slikama 24, 25, 26, i 27 su prikazane epruvete nakon 1, 24, 48 i 144 sati. U tablici 3 prikazane su očitane očitane vrijednosti sedimentacijskog testa.



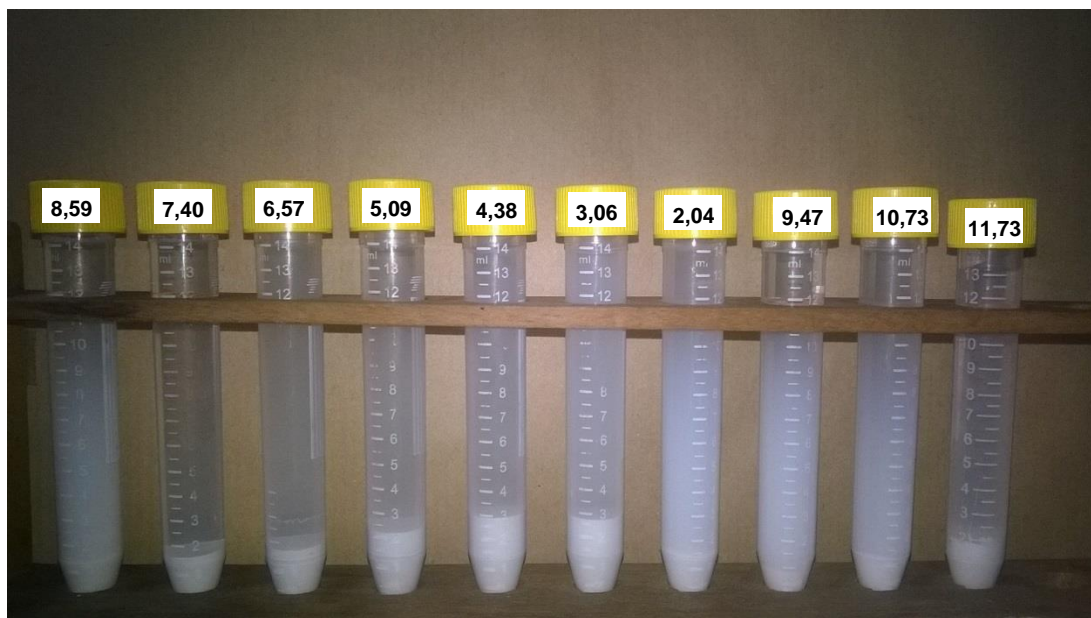
Slika 24. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 1. sata



Slika 25. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 24. sata



Slika 26. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 48. sata



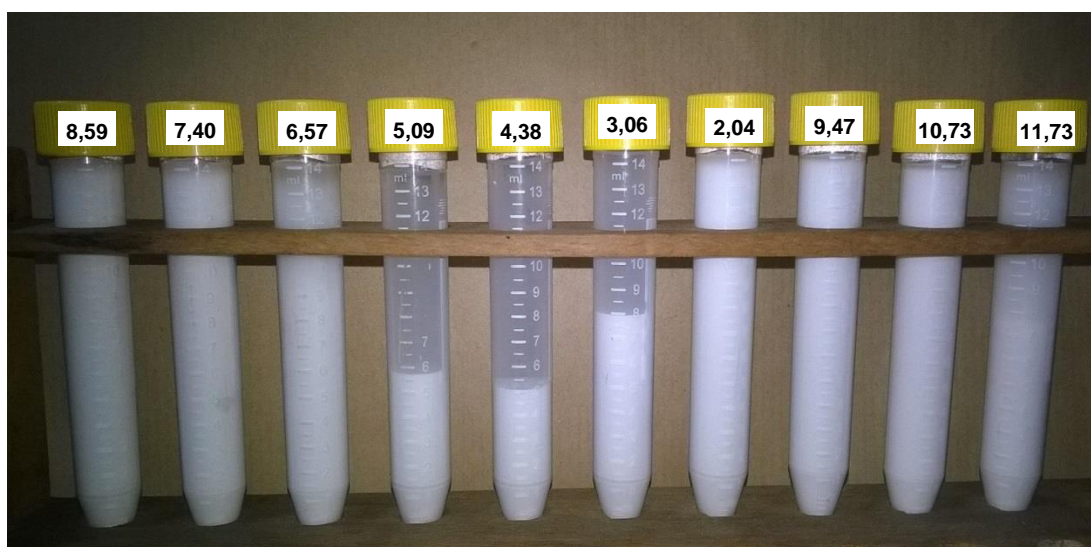
Slika 27. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 144. sata

Tablica 3. Očitani rezultati za suspenziju broj 2 (18% (Al₂O₃)_p i 2% (Al₂O₃)_s)

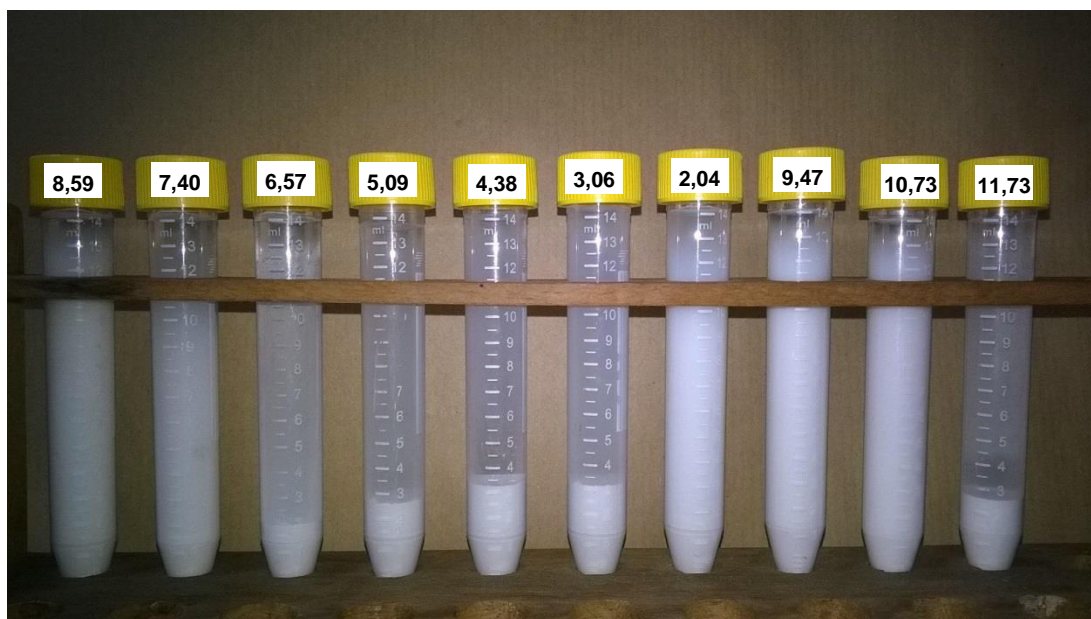
EPRUVETA	pH	V ₀ , [ml]	V _{1h} , [ml]	V _{24h} , [ml]	V _{48h} , [ml]	V _{144h} , [ml]
1	8,59	14	14	13	12,5	9,5
2	7,40	14	14	13	11	1,5
3	6,57	14	13,5	13	11	1,5
4	5,09	14	6	2,5	2,5	2,5
5	4,38	14	4,5	3	3	3
6	3,06	14	7	3	3	3
7	2,04	14	14	13	13	10
8	9,47	14	14	13	13	10
9	10,73	14	14	13	13	10
10	11,73	13	4,5	2,5	2,5	2

3. Suspenzija - 16% (Al₂O₃)_p i 4% (Al₂O₃)_s; (p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (reciklirani) prah)

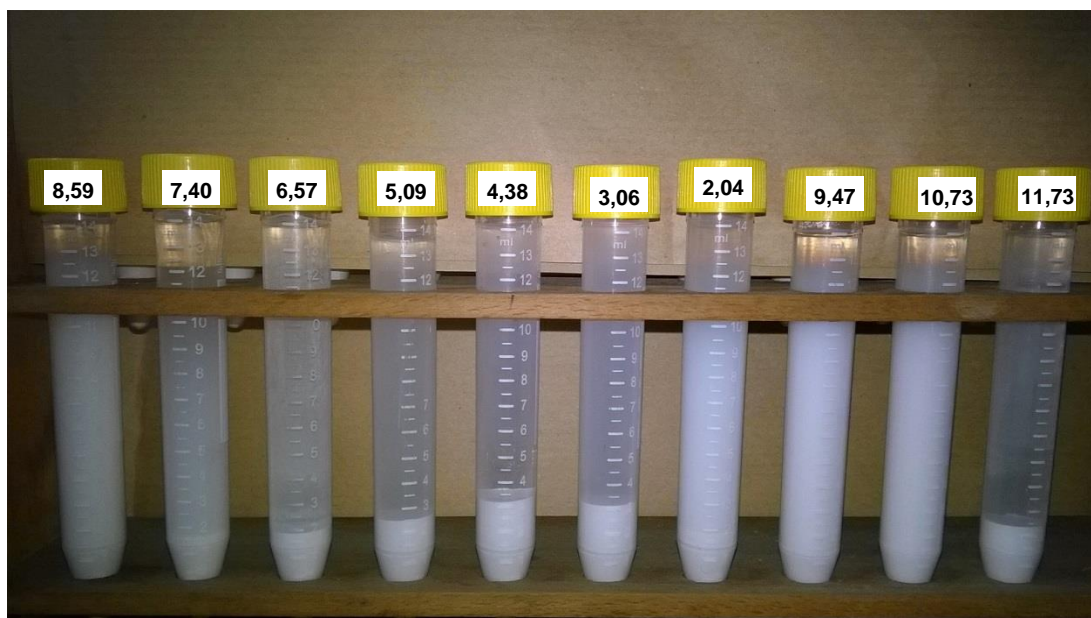
Na slikama 28, 29, 30, 31 su prikazane epruvete nakon 1, 24, 48 i 144 sati. U tablici 4 prikazane su očitane vrijednosti sedimentacijskog testa.



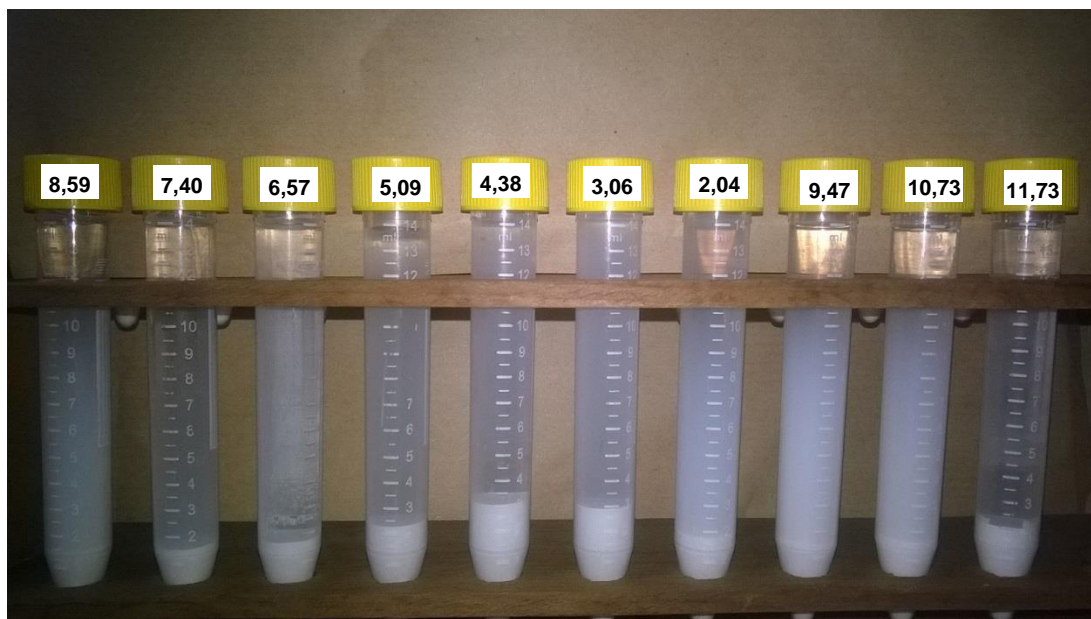
Slika 28. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 1. sata



Slika 29. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 24. sata



Slika 30. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 48. sata

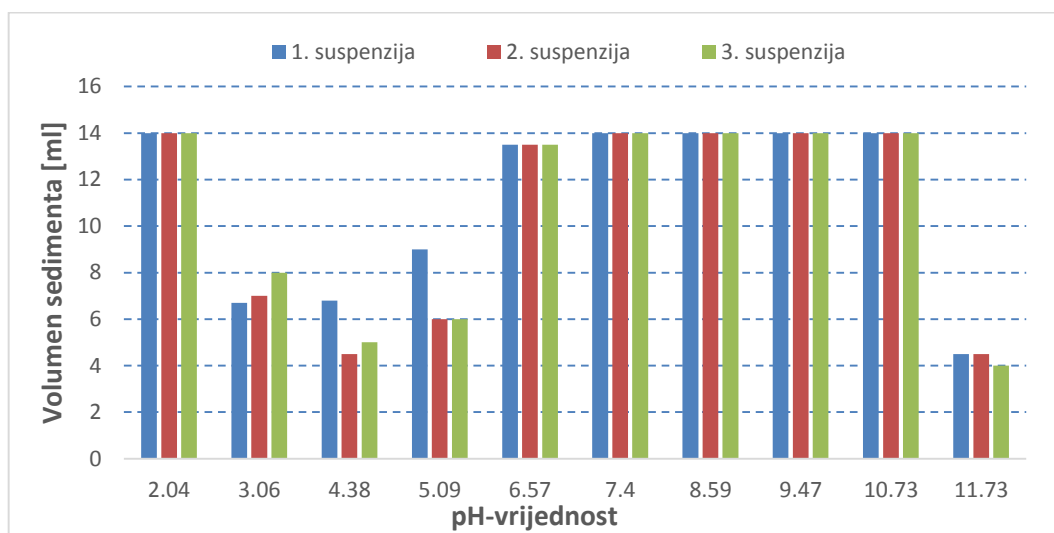


Slika 31. Rezultati sedimentacijskog testa nakon 144. sata

Tablica 4. Očitani rezultati za suspenziju broj 3 (16% (Al_2O_3)_p i 4% (Al_2O_3)_s)

EPRUVETA	pH	V_0 , [ml]	V_{1h} , [ml]	V_{24h} , [ml]	V_{48h} , [ml]	V_{144h} , [ml]
1	8,59	14	14	13	13	10
2	7,40	14	14	12,5	11,5	1,5
3	6,57	14	13,5	12,5	12	2
4	5,09	14	6	2,5	2,5	2,5
5	4,38	14	5	3	3	3
6	3,06	13	8	3	3	3
7	2,04	14	14	13	12	10
8	9,47	14	14	13	13	11
9	10,73	14	14	13	13	11
10	11,73	13	4	2,5	2,5	2

Sljedeći grafovi na slikama 32, 33, 34 i 35 prikazuju ovisnost volumena sedimenta o pH-vrijednostima suspenzija, nakon određenih vremenskih intervala.

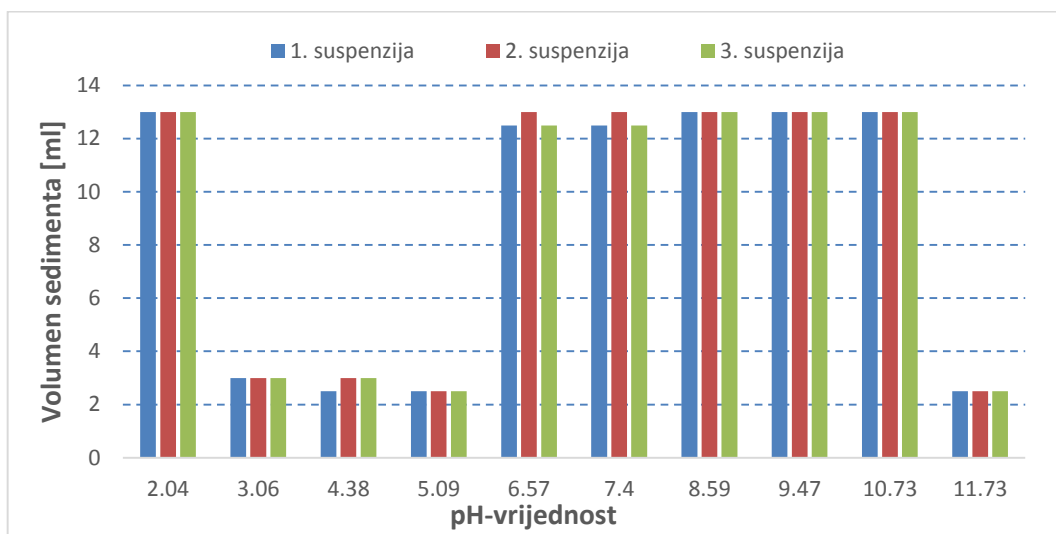


Slika 32. Ovisnost volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 1h
(p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (reciklirani) prah)

1.suspenzija-20% (Al_2O_3)p i 0% (Al_2O_3)s

2.suspenzija-18% (Al_2O_3)p i 2% (Al_2O_3)s

3.suspenzija-16% (Al_2O_3)p i 4% (Al_2O_3)s

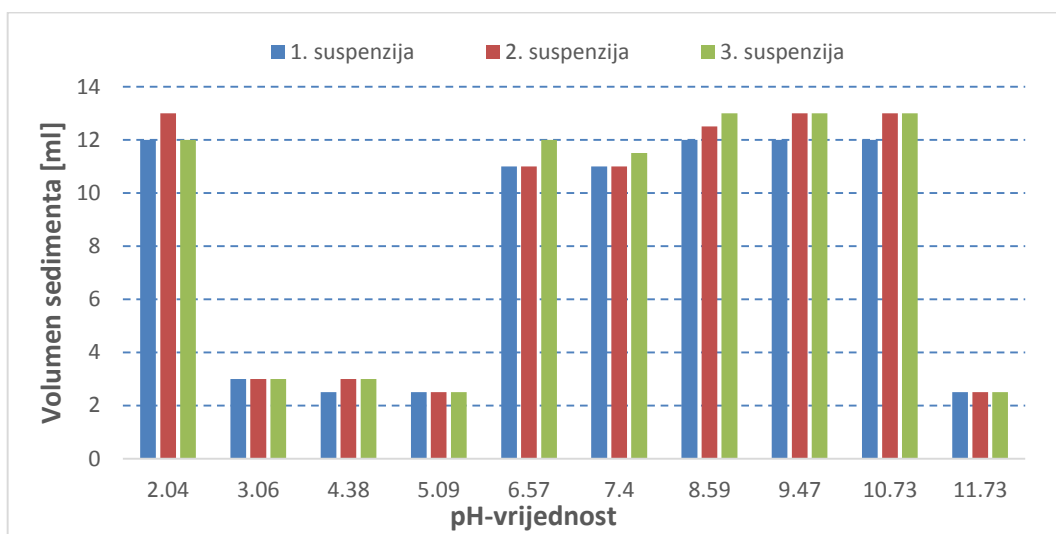


Slika 33. Ovisnost volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 24h
(p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (reciklirani) prah)

1.suspenzija-20% (Al_2O_3)p i 0% (Al_2O_3)s

2.suspenzija-18% (Al_2O_3)p i 2% (Al_2O_3)s

3.suspenzija-16% (Al_2O_3)p i 4% (Al_2O_3)s

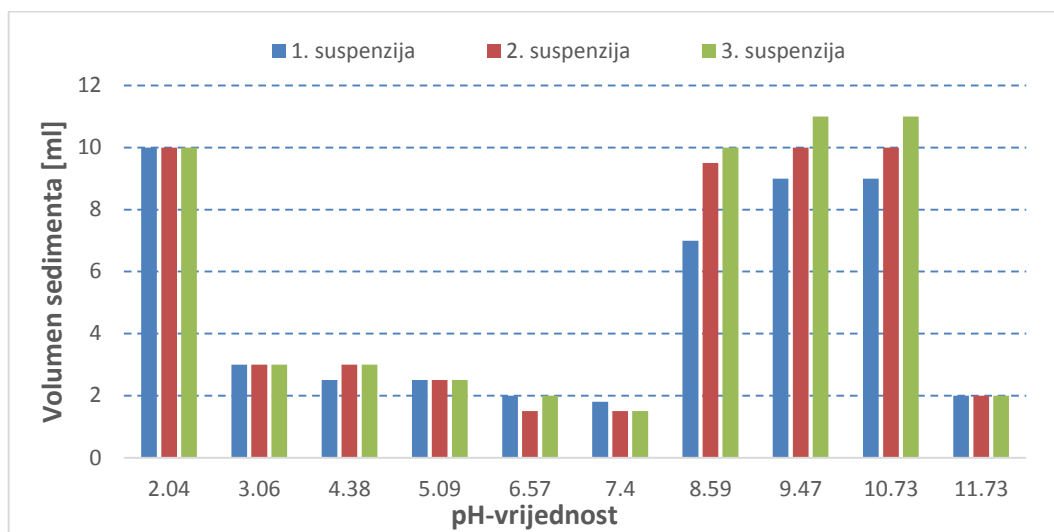


Slika 34. Ovisnost volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 48h
(p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (reciklirani) prah)

1.suspenzija-20% (Al_2O_3)p i 0% (Al_2O_3)s

2.suspenzija-18% (Al_2O_3)p i 2% (Al_2O_3)s

3.suspenzija-16% (Al_2O_3)p i 4% (Al_2O_3)s



Slika 35. Ovisnost volumena sedimenta o pH-vrijednosti suspenzije nakon 144h
(p-primarni (čisti) prah; s-sekundarni (reciklirani) prah)

1.suspenzija-20% (Al_2O_3)p i 0% (Al_2O_3)s

2.suspenzija-18% (Al_2O_3)p i 2% (Al_2O_3)s

3.suspenzija-16% (Al_2O_3)p i 4% (Al_2O_3)s

Dobiveni rezultati pokazuju da dodatak otpadnog keramičkog praha ne utječe na stabilnost suspenzija. Nakon 1 sata sve tri suspenzije pokazuju najbolju stabilnost pri pH vrijednosti oko 2 i od oko 6-11. Najveći pad stabilnosti zabilježen je za suspenzije s pH vrijednošću od oko 3 - 7. Nakon 144 sata najbolju stabilnost pokazale su suspenzije s pH vrijednošću oko 2 i od 8 - 11. Navedene suspenzije su pogodne za oblikovanje lijevanjem u gipsani kalup.

7. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih ispitivanja, možemo zaključiti sljedeće:

- Dodatak recikliranog aluminijskog praha ne utječe na stabilnost i brzinu sedimentacije, jer iako postoje male razlike u vrijednostima i brzini taloženja između suspenzija za jednake pH vrijednosti, razlike su zanemarive.
- Suspenzije sa pH vrijednošću oko 2 i od 8-11 su gotovo uvijek stabilne i pogodne su za oblikovanje lijevanjem u gipsani kalup.

POPIS LITERATURE

1. <http://www.deutsches-museum.de/de/ausstellungen/werkstoffe-energie/keramik/>, 5.5.2016
2. Brevier technical ceramics,
http://www.keramverband.de/brevier_engl/geschichte.htm, 5.5.2016
3. Ćurković, L.: Predavanja iz kolegija "Keramika, beton i drvo" – prezentacija
4. Ćurković L.; Majić M.; Mulabdić A.: Analiza energetske bilance pri mjerenju Knoppove tvrdoće aluminij oksidne keramike
5. Breviary Technical Ceramics:
http://www.nonmet.mat.ethz.ch/education/courses/Materialwissenschaft_2/brevier.pdf, 5.5.2016.
6. Grgić N.: Korozijska stabilnost zubne keramike,
https://bib.irb.hr/datoteka/472491.DKorozijska_stabilnost_zubne_keramike.docx, 10.5.2016.
7. Ceramtec technical experts, <https://www.ceramtec.com/applications/silicate-technology/heating-thermal-engineering/>, 12.5.2016.
8. Dundjer M.: Izrada proizvoda od keramika
<https://www.ffri.hr/~mdundjer/Strojarska%20tehnologija%20II/03%20Izrada%20proizvoda%20od%20keramika.doc>, 12.5.2016.
9. http://www.kennametal.com/content/dam/kennametal/kennametal/common/Products/Wear%20Solutions/ceramic_powders.jpg, 13.5.2016.
10. Pejić N.: Stabilnost i koagulacija, supa.pharmacy.bg.ac.rs/assets/18325, 20.5.2016.
11. http://www.ltcc.org.pl/attachments/Image/dominik_jurkow_tape_casting_3.gif?template=generic, 20.5.2016.
12. Lj. Grlić, M. Velimirović, Kemija, Panorama, Zagreb, 1967, 66-67
13. I. Tominić, Fizikalna kemija II, nastavni tekst, Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu, Sveučilište u Splitu, travanj 2010., str. 69